(19)日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

## 特開平7-188130

(43)公開日 平成7年(1995)7月25日

(51) Int.Cl. <sup>6</sup> C 0 7 C 211/54 211/56 217/92	識別記号	庁内整理番号 8517-4H 8517-4H	FI	技術表示箇所	
C 0 9 K 11/06	z	9159-4H			
H 0 5 B 33/14					
			審査請求	未請求 請求項の数2 FD (全 15 頁)	
(21)出願番号	特願平5-345931		(71)出願人	、 000005315 保土谷化学工業株式会社	
(22)出願日	平成5年(1993)12月24日			神奈川県川崎市幸区堀川町66番地2	
			(72)発明者	安西 光利	
				茨城県つくば市御幸が丘45番地 保土谷化 学工業株式会社筑波研究所内	
			(72)発明者	高相 聖一	
				茨城県つくば市御幸が丘45番地 保土谷化 学工業株式会社筑波研究所内	
				·	

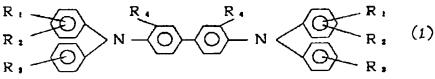
(54)【発明の名称】 ジアミノジフェニル化合物及び該化合物を用いた有機電界発光素子

(57)【要約】

(修正有)

\*れら化合物を正孔輸送剤とした有機電界発光素子。

【構成】 一般式1のジアミノジフェニル化合物と、こ\*



(R<sub>1</sub>、R<sub>2</sub>はハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基、アラルキル基、フェニル基、あるいは低級アルキル基又は低級アルコキシ基を置換基とするフェニル基を、R<sub>3</sub>は水素原子、ハロゲン原子、アルキル基、アルコキシ基あるいはアラルキル基を、R<sub>4</sub>は水素原子、クロル原子、メチル基あるいはメトキシ基を表し、R<sub>1</sub>とR<sub>2</sub>

は同じ置換基ではない。)

【効果】 本新規なジアミノジフェニル化合物は優れた 正孔輸送能を有し、正孔輸送材料として広範囲に利用で きる。また熱的に安定で良好な薄膜を形成し、これらの 化合物を正孔輸送剤とした有機電界発光素子は優れた発 光特性を示し、表示素子として広範囲に利用できる。 【化1】

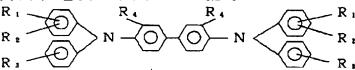
1

【特許請求の範囲】

下記一般式(1) 【請求項1】

R 2 R<sub>2</sub> R . R s

(式中、R1、R2 はハロゲン原子、アルキル基、アル コキシ基、アラルキル基、フェニル基、あるいは低級ア ルキル基又は低級アルコキシ基を置換基として有するフ ェニル基を表し、Rs は水素原子、ハロゲン原子、アル 10 キル基、アルコキシ基あるいはアラルキル基を表し、R 4 は水素原子、クロル原子、メチル基あるいはメトキシ※



(式中、R1、R2 はハロゲン原子、アルキル基、アル コキシ基、アラルキル基、フェニル基、あるいは低級ア ルキル基又は低級アルコキシ基を置換基として有するフ ェニル基を表し、R。は水素原子、ハロゲン原子、アル 20 キル基、アルコキシ基あるいはアラルキル基を表し、R 4 は水素原子、クロル原子、メチル基あるいはメトキシ 基を表し、R: とR2 は同時に同じ置換基ではない。) で表されるジアミノジフェニル化合物を少なくとも一 種、用いることを特徴とする有機電界発光素子。

### 【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は、有機電界発光素子など に用いられる電荷輸送剤として有用な新規なジアミノジ フェニル化合物及び該化合物を用いた有機電界発光素子 30 に関する。

### [0002]

【従来の技術】有機化合物を構成要素とする電界発光素 子は、従来より検討されていたが、充分な発光特性が得 られていなかった。しかし、近年数種の有機材料を積層 した構造とすることにより、その特性が著しく向上し、 以来、有機物を用いた電界発光素子に関する検討が活発 に行われている。この積層構造とした電界発光素子はコ ダック社のC. W. Tangらにより最初に報告された が (Appl. Phys. Lett. 51(1987)913) 、この中では10V 以下の電圧で1000cd/m²以上の発光が得られて おり、従来より実用化されている無機電界発光素子が2 00 V以上の高電圧を必要とするのに比べ、格段に高い 特性を有することが示された。

【0003】これら積層構造の電界発光素子は、有機蛍 光体と電荷輸送性の有機物(電荷輸送剤)及び電極を積 層した構造となっており、それぞれの電極より注入され た電荷(正孔及び電子)が電荷輸送剤中を移動して、そ れらが再結合することによって発光する。有機蛍光体と しては、8-キノリノールアルミニウム錯体やクマリリ 50

※基を表し、R1 とR2 は同時に同じ置換基ではない。) で表されるジアミノジフェニル化合物。

少なくとも電極、正孔輸送層、発光層及 【請求項2】 び電極からなる有機電界発光素子においてその正孔輸送・ 層に用いる電荷輸送剤として下記一般式 (1) (化2)

R, ンなど蛍光を発する有機色素などが用いられている。ま

た、電荷輸送剤としては電子写真感光体用有機材料とし て良く知られた種々の化合物を用いて検討されており、 例えばN, N'-ジ(3-トリル)-N, N'-ジフェ ニルー4、4′-ジアミノジフェニルや1、1-ピス [N, N-ジ(4-トリル) アミノフェニル] シクロへ キサンといったジアミン化合物や4-ジフェニルアミノ ベンズアルデヒドーN、Nージフェニルヒドラゾンなど のヒドラゾン化合物が挙げられる。更に、銅フタロシア ニンのようなポルフィリン化合物も用いられている。

【0004】ところで、有機電界発光素子は、高い発光 特性を有しているが、発光時の安定性や保存安定性の点 で充分ではなく、実用化には至っていない。素子の発光 時の安定性、保存安定性における問題点の一つとして、 電荷輸送剤の安定性が指摘されている。電界発光素子の 有機物で形成されている層は50~数百ナノメーターと 非常に薄く、単位厚さあたりに加えられる電圧は非常に 高い。また、発光や通電による発熱もあり、従って電荷 輸送剤には電気的、熱的あるいは化学的な安定性が要求 される。更に、一般的に素子中の電荷輸送層は、非晶質 の状態にあるが、発光または保存による経時により、結 晶化を起こし、これによって発光が阻害されたり、素子 破壊を起こすといった現象が見られている。この為、電 荷輸送剤には非晶質すなわちガラス状態を容易に形成 し、かつ安定に保持する性能が要求される。

【0005】このような電荷輸送剤に起因する発光素子 の安定性に関し、例えば、単純な構造のジアミン化合物 やポルフィリン化合物においては、電気的、熱的に安定 で比較的高い発光特性の得られている物が有るが、結晶 化による素子の劣化は解決されていない。また、ヒドラ ゾン化合物は、電気的、熱的安定性において充分ではな いため、好ましい材料ではない。

[0006]

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、発光

特性のみならず、発光時の安定性、保存安定性に優れた 、有機電界発光素子を実現し得る電荷輸送剤として有用な 、新規なジアミノジフェニル化合物及び該化合物を用いた 有機電界発光素子を提供することにある。

· [0007]

$$R_{1}$$
 $R_{2}$ 
 $R_{3}$ 
 $R_{4}$ 
 $R_{4}$ 
 $R_{4}$ 
 $R_{4}$ 
 $R_{4}$ 
 $R_{4}$ 
 $R_{5}$ 

(式中、 $R_1$  、 $R_2$  はハロゲン原子、アルキル基、アル 10%味を表す。) で表されるジフェニルアミン化合物と、下 コキシ基、アラルキル基、フェニル基、あるいは低級ア ルキル基又は低級アルコキシ基を置換基として有するフ ェニル基を表し、R。は水素原子、ハロゲン原子、アル キル基、アルコキシ基あるいはアラルキル基を表し、R 4 は水素原子、クロル原子、メチル基あるいはメトキシ 基を表し、R1とR2は同時に同じ置換基ではない。)

【0008】本発明の前記一般式(1)で表されるジア ミノジフェニル化合物は新規化合物であり、これらは相 当する4,4′-ジハロゲン化ピフェニル化合物と相当 するジフェニルアミン化合物との縮合反応、または、相 20 当するペンジジン化合物と相当するハロゲン化アリール との逐次縮合反応により合成することができる。これら の縮合反応はウルマン反応として知られる方法である。

【0009】例えば、下記一般式(2)

【化4】

$$R_{2}$$
  $NH - O$   $R_{3}$ 

(式中、R1 、R2 、R3 は前記一般式(1)と同じ意※

で表されるペンジジン化合物をアセチル化して、下記一 般式(5)

【化7】

(式中、R4 は前記一般式 (1) と同じ意味を表す。) で表されるN, N'-ジアセチル体に下記一般式(6) [化8]

(式中、R1 、R2 、R4 は前記一般式(1)と同じ意 味を表す。) で表されるN, N'-ジアリールペンジジ ン化合物に、更に下記一般式(8) 【化10】

$$R, \sqrt{O} \times X$$

(式中、Rs は前記一般式(1)と同じ意味を表し、X

されるハロゲン化アリール2モルを縮合反応させる事に より、本発明のジアミノジフェニル化合物が得られる。 【0010】前述の、4、4′-ジハロゲン化ピフェニ ル化合物とジフェニルアミン化合物との縮合反応、及び ベンジジン化合物とハロゲン化アリールとの逐次縮合反 応は、無溶媒下または溶媒の存在下で行う。溶媒として はニトロペンゼンやジクロロペンゼンまたはジメチルス は塩素原子、臭素原子またはよう素原子を表す。)で表 50 ルホキシドなどの高沸点溶媒が用いられる。また脱酸剤

\*【課題を解決するための手段】本発明によれば、下記一 般式 (1) で表されるジアミノジフェニル化合物が提供 される。 【化3】

[化5]

$$X \xrightarrow{R_i} X$$

(式中、R, は前記一般式(1)と同じ意味を表し、X は塩素原子、臭素原子またはよう素原子を表す。) で表 される4,4′ージハロゲン化ピフェニル化合物とを縮 合反応させることにより得られる。又は、下記一般式 (4)

[化6]

記一般式(3)

わし、Xは塩素原子、臭素原子またはよう素原子を表 す。) で表されるハロゲン化アリール2モルを縮合反応 させ、その後加水分解を行い、得られる下記一般式

★(式中、R1 、R2 は前記一般式(1)と同じ意味を表

として炭酸カリウム、炭酸ナトリウム、炭酸水素ナトリ 。 ウム、水酸化カリウム、水酸化ナトリウムなどが用いら れる。また、通常、銅粉やハロゲン化銅などの触媒を用 \*【0011】このようにして得られた、本発明の具体的な化合物例を以下に示す。 【0012】化合物No(1) 【化11】

いて反応させる。反応温度は通常160~230℃である。 \*\*

【0013】化合物No(2)

※ ※【化12】

【0014】化合物No(3)

★ ★【化13】

【0015】化合物No(4)

☆ ☆【化14】

【0016】化合物No(5)

▶ ◆【化15】

【0017】化合物No(6)

\*【化16】

【0018】化合物No(7)

※ ※ 【化17】

【0019】化合物No(8)

【化18】

CH,

【0026】化合物No(15)

【化25】

CH,

【0055】化合物No(44)

【化54】

【0060】又、本発明によれば、前述した一般式 (1) で表されるジアミノピフェニル化合物を正孔輸送 層として用いた有機電界発光素子が得られる。有機電界 発光素子には、二層構造と三層構造のものが有り、これ らの層構成を基板となる透明電極上に設け、その上に対 電極を設けて有機電界発光素子を形成する。二層構造の 場合は、正孔輸送層と電子輸送性発光層の組み合わせあ るいは電子輸送層と正孔輸送性発光層の組み合わせから 成り、三層構造の場合は正孔輸送層と電子輸送層で発光 層をサンドイッチした構造となる。本発明にかかる構成 は正孔輸送層と電子輸送性発光剤の二層構造あるいはこ

二層構造による有機電界発光素子を示す。

 $n-C_4H_9$ 

【0061】電子輸送性発光剤としては、例えば、トリ ス(8-キノリノール)アルミニウム、ピス(8-キノ リノール)マグネシュウム、トリス(5-クロロー8-キノリノール)ガリウム等のキレート化オキシノイド化 合物、クマリン誘導体、ペリレン系顔料やキレート化 2, 21-ビビリジン化合物及びサリチリデン-〇-ア ミノフェノール誘導体のキレート化合物などである。 又、電子輸送剤としては、例えば、2-(4-tert -プチルフェニル) - 5 - (4 - ピフェニリル) - 1,3, 5-オキサジアゾール、2, 4, 7-トリニトロー れに更に電子輸送層を積層した三層構造である。図1に 50 9-フルオレノン、<math>4-プトキシカルポニル-9-ジシ

アノメチリデンフルオレン、3,31-ビス(tert ープチル) -5,5'ージメチル-4,4'ージフェノ キノン、3、5' -ピス(tert-プチル)-5、 3'-ジメチル-4, 4'-ジフェノキノン、3, 5, - - ピス(tert-プチル)-3′, 5′ージメチルー 4, 4'-ジフェノキノンなどである。

【0062】尚、有機電界発光素子の支持体にはガラ ス、プラスチック、石英などが用いられ、この基板上 に、金、アルミニウム、インジウム、銀、マグネシュウ ム等の金属やインジウムーチンーオキサイド(IT O)、酸化スズ、酸化亜鉛などから成る薄膜の電極を蒸 着法等で形成し、半透明あるいは透明電極とする。この 上に電荷輸送層や発光層を積層し、更にその上に前述し たのと同様な電極を形成して有機電界発光素子を形成し て、これに直流電圧を印加して発光を行う。

[0063]

5%)を得た。

【実施例】以下、実施例により本発明を具体的に説明す

【0064】実施例1(化合物No1の合成) 2-メトキシ-5-メチルアニリン50.0g(0.3 20 6 モル) を氷酢酸 5 0 m 1 に溶解し、無水酢酸 4 4.7 g(0.44モル)を内温が50℃以上にならないよう に冷却しながら少しずつ滴下した。滴下後、50~60 ℃で3時間反応させた。反応終了後、反応物を攪拌しな がら500mlの氷水に注加し、析出した結晶を濾過し た。水洗したのち減圧乾燥して、N-アセチル-2-メ トキシ-5-メチルアニリン61.1g(収率:93.

【0065】次に、N-アセチル-2-メトキシ-5-メチルアニリン35.2g(0.20モル)とプロムペ 30 ンゼン78.4g(0.5モル)、無水炭酸カリウム4 1. 4g(0.3モル)、銅粉3.2g(0.05モ ル)、よう素0.3g(0.001モル)を仕込み17 5~185℃で15時間反応させた。反応終了後、冷却 してイソアミルアルコール200mlと、水100ml に溶解した85%水酸化カリウム26.4g(0.40 モル)を加え、再び加熱した。共沸分液により水のみを 分離してから120~125℃で3時間加水分解した。 加水分解反応終了後、水蒸気蒸留によりイソアミルアル コールを留去し、冷却後トルエン200m1を加え生成 40 物を溶解した。濾過してろ液を濃縮して褐色の油状物を 得た。この褐色油状物を減圧蒸留(bp:148.5-149.0℃/2.0mmHg) して淡黄色の2-メト キシ-5-メチルジフェニルアミン34.2g(収率; 81.6%)を得た。

【0066】更に、2-メトキシ-5-メチルジフェニ ルアミン20.0g(0.094モル)、4,4′-ジ ヨードピフェニル15.3g(0.038モル)、無水 炭酸カリウム18.2g(0.13モル)と銅粉1.2 g (0.019モル)を仕込み、200~210℃で8 50 実施例1のジフェニルアミン化合物を合成する工程で、

20

時間反応させた。冷却後、トルエン200m1を注加し て生成物を溶解し、濾過した。ろ液は濃縮して、酢酸工 チル100mlを加え加温溶解後、エタノール60ml を加えて晶析し、濾過、乾燥した。得られた結晶をカラ ム精製(担体;シリカゲル、溶離液;トルエン)して、 白色のN, N'-ビス(2-メトキシ-5-メチルフェ ニル) -N, N'-ジフェニル-4, 4'-ジアミノジ フェニル16.3g(収率:75.0%)を得た。融点 は213.5-215.0℃であった。赤外線吸収スペ 10 クトル (KBr 錠剤法) の特性基振動数 (cm-1) は3 028, 1592, 1490, 1270等であった。 【0067】元素分析値はC10H36N2O2として下記

表1の通りであった。

[0068]

【表1】

	C (%)	H (%)	N (%)
計算値	8 3 . 3	6.3	4. 9
実 測 値	8 3 . 5	8.5	4.8

【0069】実施例2 (化合物No2の合成)

実施例1のジフェニルアミン化合物を合成する工程で、 2-メトキシー5-メチルアニリンの代わりに2-メチ ルー4-メトキシアニリンを用いた以外は実施例1と同 様にして合成された2-メチル-4-メトキシジフェニ ルアミン23.5g(0.11モル)と4,4'-ジョ ードピフェニル17.9g(0.044モル)、無水炭 酸カリウム21.3g(0.15モル)、銅粉1.4g (0.022モル)を仕込み200~220℃で15時 間反応させた。冷却後、トルエン200mlを注加して 生成物を溶解し、濾過した。ろ液は濃縮して酢酸エチル 60mlを加え加温溶解後、エタノール65mlを加え て晶析し、濾過、乾燥した。得られた結晶をカラム精製 (担体;シリカゲル、溶離液;トルエン/ヘキサン=1 **/1) して、白色のN, N'-ビス(2-メチル-4-**メトキシフェニル) -N, N'-ジフェニル-4, 4' -ジアミノジフェニル17.1g(収率;67.3%) を得た。融点は162.0-163.5℃であった。赤 外線吸収スペクトル(KBr錠剤法)の特性基振動数 (cm-1) は3025, 1588, 1480, 1285 等であった。

【0070】元素分析値はC40H36N2O2として下記 表2の通りであった。

[0071]

【表2】

	C (%)	H (%)	N (%)
計算値	83.3	6. 3	4. 9
実 捌 値	83.1	6.5	4. 7

【0072】実施例3 (化合物No6の合成)

2-メトキシ-5-メチルアニリンの代わりに4-メト キシー2-フェニルアニリンを用いた以外は実施例1と 同様にして合成された4-メトキシー2-フェニルジフ ェニルアミン20. 4g (0.074モル) と4,4' -ジョードピフェニル13.2g(0.033モル)、 無水炭酸カリウム15.6g(0.113モル)、銅粉 1. 2g(0.019モル)を仕込み、200~210 ℃で18時間反応させた。冷却後、トルエン300ml を注加して生成物を溶解し、濾過した。ろ液は濃縮して 体;シリカゲル、溶離液;トルエン/ヘキサン=2/ 5) して淡黄色のN, N'-ピス (4-メトキシ-2-ピフェニリル)-N, N'-ジフェニル-4, 4'-ジ アミノジフェニル13.6g(収率;59.7%)を得 た。融点は208.5-210.0℃であった。赤外線 吸収スペクトル(KBr錠剤法)の特性基振動数(cm -1) は3030、1594、1488、1295等であ った。

【0073】元素分析値はCso H4o N2 O2 として下記 表3の通りであった。

[0074]

### 【表3】

			C (%)	H (%)	N (%)
計	算	値	85.7	5.8	4.0
実	測	値	85.8	5. 9	4. 1

【0075】実施例4 (化合物No11の合成)

実施例1のジフェニルアミン化合物を合成する工程で、 2-メトキシ-5-メチルアニリンの代わりに4-メト キシー2ーペンタデシルアニリンを用いた以外は実施例 30 1と同様にして合成された4-メトキシ-2-ペンタデ シルジフェニルアミン19.4g(0.047モル)と 4, 4'-ジョードピフェニル7.7g(0.019モ ル)、無水炭酸カリウム9.3g(0.067モル)、 銅粉 0.6g(0.009モル)を仕込み、210~2 20℃で17時間反応させた。冷却後、トルエン200 mlを注加して生成物を溶解し、濾過した。ろ液は濃縮 して褐色の油状物を得た。この褐色油状物をカラム精製 (担体;シリカゲル、溶離液;トルエン/ヘキサン=1 /4) して淡黄色のN, N'-ピス (4-メトキシ-2 40 -ペンタデシルフェニル) -N, N'-ジフェニル-4. 4′-ジアミノジフェニル10.2g(収率:5 5. 5%) を得た。融点は68. 0-70. 0℃であっ た。赤外線吸収スペクトル(KBr錠剤法)の特性基振 動数 (c m-1) は2920, 1590, 1489, 12 88等であった。

【0076】元素分析値はCea He2 N2 O2 として下記 表4の通りであった。

[0077]

#### 【表4】

(12)

	C (%)	н (%)	N (%)
計算値	84.2	9.6	2. 9
実 創 値	84.0	9. 7	2.6

【0078】実施例5~7

1. 2g(0.019モル)を仕込み、200~210 実施例1で、2-メトキシ-5-メチルアニリンの代わ でで18時間反応させた。冷却後、トルエン300ml りに表5に示したアニリン化合物を用いた以外は実施例 を注加して生成物を溶解し、濾過した。ろ液は濃縮して 12 同様にして、表6に示したジアミノジフェニル化合 褐色の油状物を得た。この褐色油状物をカラム精製(担 10 物を得た。酸点と元素分析値は表7に示した。赤外線吸 体;シリカゲル、溶離液;トルエン/ヘキサン=2/ 収スペクトル(KBr錠剤法)の特性基振動数は表8に 示した。尚、表5に示したアニリン化合物A~Cの構造 ピフェニリル)-N、N´ージフェニル-4、4´ージ を下記に示す。

【0079】アニリン化合物A

【化59】

【0080】アニリン化合物B

【化60】

20

OCH:

【0081】アニリン化合物C

【化61】

[0082]

【表5】

実施例No	アニリン化合物
5	A
6	В
7	С

[0083]

【表6】

R:	> N -(O)-		R <sub>1</sub>
実施例No	R i	R 2	収率(%)
5	2 - C H :	6 - C <sub>2</sub> H <sub>5</sub>	82.0
6	2 - C 1	4 - O C H;	5 6 . 5
7	3 - C 1	4 - C H :	43.6

[0084]

*	*	【表 7】	

奥施例 No	融 点(℃)	元 C	* 分 ( ) i	析 対は計算値 N
5	1 9 1. 0 - 1 9 2. 5	8 8. 3 (8 8. 1)	7. 2 (7. 0)	4. 8 (4. 9)
6	1 9 6. 5 - 1 9 7. 5	7 4. 6 (7 3. 9)	5.1 (4.9)	4. 6 (4. 5)
7	2 0 6. 0 - 2 0 7. 0	77.7	5. 2 (5. 2)	4. 9 (4. 8)

[0085]

※ ※【表8】

実施例No	赤外線吸収スペクトル (KBr / ν max; c m <sup>-1</sup> )
5	2966, 1593, 1492, 1291
6	3 0 3 4 , 1 5 9 2 , 1 4 9 3 , 1 2 9 0
7	3 0 3 0, 1 5 9 3, 1 4 8 8, 1 2 9 1

### 【0086】 実施例8~11

実施例1で、2-メトキシー5-メチルアニリンの代わりに表9に示したアニリン化合物と、4,4'-ジョードピフェニルの代わりに4,4'-ジョードー3,3'-ジメチルピフェニルを用いた以外は実施例1と同様にして、表10に示したジアミノジフェニル化合物を得た。融点と元素分析値は表11に示した。赤外線吸収スペクトル(KBr錠剤法)の特性基振動数は表12に示した。尚、表9に示したアニリン化合物D~Gの構造を40下記に示す。

【0087】アニリン化合物D

【化62】

【0088】アニリン化合物E

【化63】

【0089】アニリン化合物F

【化64】

OCH。 [0090] アニリン化合物G [化65]

50

25 NHz C 1 CH:

26		
実施例N o	アニリン化合物	
8	D	
9	E	
1 0	F	
1 1	G	

[0091] 【表9】

[0092] 【表10】

R <sub>1</sub>	H, C	C H ,	R:
実施例No	Rι	R :	収率 (%)
8	2 - O C H 1	5 - C H <sub>8</sub>	69.6
9	2 - C H s	6 - C : H :	67.7
1 0	2 - C 1	4 - O C H;	50,4
1 1	3 - C 1	4 - C H 3	41.9

[0093]

※ ※【表11】

実施例	融 点(℃)	元	索 分	折
No	融 点(℃)	С	н	N
8	2 2 2 0 - 2 2 4 0	83.3 (83.4)	8. 7 (6. 7)	4. 9 (4. 6)
9	163.0-165.5	8 7. 7 (8 8. 0)	7. 4 (7. 4)	5. 0 (4. 8)
1 0	1 7 9. 5 — 1 8 1. 5	7 4. 3 (7 4. 4)	5. 3 (5. 3)	4. 3 (4. 3)
1 1	1 7 0. 5 - 1 7 8. 5	7 8. 1 (7 8. 3)	5. 8 (5. 6)	4. 6 (4. 6)

( )内は計算値

[0094]

## ★【表12】

実施例No	赤外線吸収スペクトル(KBr/ν===: cm <sup>-1</sup> )
8	2920.1592.1503.1236
9	2 9 6 6, 1 5 9 5, 1 4 8 3, 1 2 8 8
1 0	3 0 0 6 , 1 5 9 3 , 1 4 9 1 , 1 2 2 4
1 1	3 0 2 2, 1 5 9 2, 1 4 8 7, 1 2 9 8

【0095】実施例12

ITOガラス電極(松崎真空(株)製、透明導電膜標準 タイプ) を蒸着装置(真空器械工業(株) 製、LC-6 F型) の基板ホルダー固定し、加熱ポートに化合物No 50 熱ポートを加熱して、12nm/分の蒸着速度で蒸着を

1 {N, N'-ピス (2-メトキシ-5-メチルフェニ ル) -N, N' - ジフェニル - 4, 4' - ジアミノジフェニル} を入れて1×10-6 Torrまで減圧した。加

行い、膜厚50nmの化合物No1の正孔輸送層をITOガラス電極上に形成した。次にトリス(8-キノリノール)アルミニウムを加熱ボートに入れ、加熱して20nm/分の蒸着速度で蒸着を行い、膜厚50nmの発光-層を正孔輸送層の上に形成した。更に、その上に40nm/分の蒸着速度で膜厚150nmのマグネシュム蒸着膜を形成して対電極とし、有機電界発光素子を作成した。ITO電極を正極に、マグネシュム電極を負極として直流12Voltを印加したところ明るい緑色に発光し、輝度計(ミノルタカメラ(株)製、LS-110型)を用いて輝度を測定したところ3100cd/m²を示した。また、500cd/m²の輝度で連続点灯試験を行ったところ輝度の半減期は250Hrであった。

### 【0096】実施例13

実施例12で化合物No1を用いる代わりに、化合物No6  $\{N, N'- \forall Z, (4- \forall N+1) - 2- \forall Z \}$   $\{N, N'- \forall Z \}$   $\{N'- \forall Z \}$ 

### 【0097】実施例14

 ったところ輝度の半減期は220Hrであった。 【0098】実施例15

28

### 【0099】比較例1

実施例 12 で化合物 No1 を用いる代わりに、N, N' ーピス (3- トリル) ーN, N' ージフェニルー 4, 4' ージアミノジフェニル (通称; TPD) を用いた以外は実施例 12 と同様にして有機電界発光素子を作成した。直流 12 Volt を印加したところ <math>1250 cd/  $m^2$  の輝度で明るい緑色に発光した。また、500  $cd/m^2$  の輝度で連続点灯試験を行ったところ輝度の半減期は 100 Hr であった。

### 20 [0100]

【発明の効果】本発明の新規なジアミノジフェニル化合物は優れた正孔輸送能を有しており、正孔輸送材料として広範囲に利用することができる。また、熱的に安定で良好な薄膜を形成し、これらの化合物を正孔輸送剤として用いて作成した本発明の有機電界発光素子は優れた発光特性を示し、表示素子として広範囲に利用することができる利点を有する。

### 【図面の簡単な説明】

【図1】有機電界発光素子の断面図である。

[図1]

